

2003 P 094 96
82
⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Übersetzung der
europäischen Patentschrift

⑯ EP 0456 428 B1

⑯ DE 691 13 108 T 2

⑯ Int. Cl. 6:
C 09 J 9/02
H 01 L 23/373
C 09 J 11/04

- ⑯ Deutsches Aktenzeichen: 691 13 108.2
⑯ Europäisches Aktenzeichen: 91 304 030.9
⑯ Europäischer Anmeldetag: 3. 5. 91
⑯ Erstveröffentlichung durch das EPA: 13. 11. 91
⑯ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: 20. 9. 95
⑯ Veröffentlichungstag im Patentblatt: 9. 5. 96

⑯ Unionspriorität: ⑯ ⑯ ⑯
07.05.90 US 520286

⑯ Patentinhaber:
E.I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., US

⑯ Vertreter:
Abitz & Partner, 81679 München

⑯ Benannte Vertragstaaten:
AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IT, LI, LU, NL,
SE

⑯ Erfinder:
Adams, Jerome Thomas, Hockessin, Delaware
19707, US; Yost, Bruce Allen, Newark, Delaware
19711, US

⑯ Elektronisches System enthaltend Komponente, die durch einen thermisch leitfähigen Klebstoff verbunden sind.

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patentamt inhaltlich nicht geprüft.

DE 691 13 108 T 2

BEST AVAILABLE COPY

DE 691 13 108 T 2

Hintergrund der Erfindung

Diese Erfindung betrifft thermisch leitfähige Klebstoffe, und
5 sie betrifft insbesondere einen Klebstoff zum Bonden von Komponen-
tenteilen eines elektronischen Systems.

Die Ableitung der Wärme in elektronischen Baueinheiten ist
stets ein wichtiger Gesichtspunkt der Konstruktion, und dies ist
heute um so mehr so, da die Packungsdichte (und damit der Wärmeab-
10 leitungsbedarf) erschreckend rasch größer wird. Leistungsfähigere
und gering voneinander beabstandete Chips, feinere Rastermuster und
Bauelemente zur Oberflächenmontage, wie zum Beispiel drahtfreie Ke-
ramikchipträger, erfordern Materialien, die hohe thermische Leitfä-
higkeiten und/oderforderungsgerecht dimensionierbare Wärmedehnungs-
15 koeffizienten (CTE) erfordern, so daß die Wärmebeseitigung
wirkungsvoll wird und/oder Abgleichsmängel der Wärmedehnungskoeffi-
zienten zwischen den Komponenten vermindert werden. Die leichtere
Wärmebeseitigung und die Verringerung von Abgleichsmängeln zwischen
den Wärmedehnungskoeffizienten sind sehr wünschenswerte Gesichts-
20 punkte, denn sie führen zu einer flexibleren Konstruktion der elektro-
nischen Baueinheiten, zu verbesserten Betriebseigenschaften und
zu einer höheren Lebenserwartung (durch weniger Ausfälle).

Thermisch leitfähige, auf organischen Stoffen basierende Kleb-
stoffe (in Form von Pasten oder Folien) mitforderungsgerecht di-
25 mensionierbaren Wärmedehnungskoeffizienten spielen eine wichtige
Rolle bei der Ableitung der Wärme in elektronischen Baueinheiten.
Sie dienen zu einer Vielzahl von Zwecken, zu denen

- das Bonden von Chips auf Chipträger, Substrate oder Kühl-
körpern
- 30 - die Befestigung von Chipträgern und Substraten auf Leiter-
platten (PWB)
- das Bonden von Leiterplatten auf Kühlkörpern
- die Befestigung von Kühlkörpern auf Leiterplattenträgern
- die Abdichtung von Gehäusedeckeln
- 35 - die Befestigung von Widerständen, Kondensatoren, Dioden usw.
(d.h. mit Hilfe von Füllklebstoffen) gehören.

Diese Klebstoffe sind typischerweise mit metallischen Füll-
stoffen, wie z. B. mit Silber, oder mit anorganischen Füllstoffen

gefüllt, wie z. B. mit Aluminiumoxid oder Bornitrid. Füllstoffe aus Aluminiumoxid, die elektrisch isolierend wirken, erhöhen die 5 thermische Leitfähigkeit des Basispolymers um annähernd das 3 - 5-fache, basierend auf der Füllung mit Füllstoff, der Geometrie und der Größe. Silberblättchen werden verwendet, wenn maximale thermische Leitfähigkeit und maximale elektrische Leitfähigkeit erforderlich sind, denn das erhöht die thermische Leitfähigkeit des Ba- 10 sispolymers je nach der Füllung ebenfalls um annähernd das 3 - 5-fache. Alle diese Füllstoffe haben jedoch mehrere Nachteile. Es sind hohe Gewichtsprozentsätze an Silber erforderlich (z. B. werden bei einigen Klebstoffen 79 Gew.-% eingesetzt, um die gewünsch- 15 ten Leistungsgrade zustande zu bringen), und da Silber teuer ist, erhöhen sich die Kosten für diese Füllstoffe wesentlich. Ähnlich wie bei Silber sind auch hohe Gewichtsprozentsätze an anorgani- schen Füllstoffen erforderlich und sind ebenfalls relativ teuer. Bei Silber tritt auch eine Erscheinung auf, die als Elektromigra- 20 tion des Metalls bezeichnet wird; in einem Artikel von S. Krumbein (IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, Bd. 11, Nr. 1, März 1986) wird die Elektromigration von Metall ausführlicher beschrieben.

Bekanntlich werden mit Kohlenstofffasern gefüllte Klebstoffe zum Zwecke der Herstellung von elektrischen Verbindungen in elek- 25 trischen Systemen verwendet, die durch den Klebstoff aneinander gebunden werden.

Zusammenfassung der Erfindung

Es wurde ein Klebstoffmaterial entwickelt, um die Maßnahmen zur Wärmeableitung in elektronischen Baueinheiten zu vervollständigen, das eine kostengünstige Kombination von erforderlichen Ei- 30 genschaften einschließlich von hohen thermischen Leitfähigkeiten, gleichmäßigen planaren Wärmedehnungskoeffizienten, geringer Dichte und hoher Festigkeit aufweist. Dieses Material besteht aus einem Klebharz, das mit etwa 20 bis etwa 60 Gew.-% einer dreidimensiona- 35 len Struktur von auf Mesophase-Pech basierenden Kohlenstofffasern gefüllt ist. Gemäß dieser Erfindung weist ein elektronisches Sy- stem Komponententeile auf, die durch eine Klebstoffschicht aus diesem mit Kohlenstofffasern gefüllten Klebharz gebunden sind. Die

Kohlenstofffasern sind von variabler Länge und variabler Breite. Die Fasern weisen vorzugsweise ein Länge-Breite-Verhältnis von 5 mehr als 10 auf, und die Fasern besitzen eine Breitenverteilung von etwa 1 bis etwa 10 Mikrometern. Diese Fasern sind beschrieben in dem USA-Patent 4,861,653, das durch Verweis darauf hierin einbegriffen ist.

Geeignete Klebharze sind synthetische Klebstoffe, wie z. B. 10 wärmehärtbare, thermoplastische, elastomere Arten oder Kombinationen aus diesen.

Gemäß dem "Adhesives Technology Handbook" (Noyes Publications, 1985) gibt es vier Arten von Klebstoffen: Flüssigkeiten, Pasten, Bänder und Folien sowie Pulver oder Körnchen. Die beiden üblichen 15 Arten von Klebstoffen für strukturelle und elektronische Einsatzzwecke sind Pasten und Folien. Um eine dreidimensionale Struktur einer Paste herzustellen, die mit auf Mesophase-Pech basierenden Kohlenstofffasern gefüllt ist, werden die Fasern der Paste so gleichmäßig wie möglich zugesetzt, und die Komponenten werden so 20 gemischt, daß eine homogene Mischung entsteht. Die rheologischen Eigenschaften ließen sich genau kontrollieren, indem die chemische Zusammensetzung der Paste und die Menge der ihr zuzusetzenden Fasern variiert werden. (Pasten weisen typischerweise hohe Viskositäten auf).

Um eine dreidimensionale Struktur einer auf Mesophase-Pech basierenden, mit Kohlenstofffasern gefüllten Klebefolie herzustellen, stehen mindestens zwei Verfahrensweisen zur Verfügung. Bei der ersten würden die Fasern, wenn das Klebharz in flüssiger Form vorhanden wäre, so gleichmäßig wie möglich zugesetzt, und die Komponenten würden so gemischt, daß sie eine homogene Mischung ergeben. Dieses Verfahren würde dazu beitragen, die Einkapselung der Fasern zu sichern und die Uniformität und Homogenität der Folie zu begünstigen. Was die Pasten betrifft, so ließe sich die rheologischen Eigenschaften genau kontrollieren, indem die chemische Zusammensetzung des Harzes und die Menge der ihnen zuzusetzenden Fasern variiert werden. Zur Ausbildung der Klebefolie würde die homogene Mischung mit Hilfe einer Foliengießanlage gegossen.

Eine alternative Verfahrensweise läge vor, wenn das Harz in

Pulver- oder Körnchenform vorhanden ist, wie es zum Beispiel bei einem thermoplastischen Harz sein könnte. Eine dreidimensionale
5 Struktur einer auf Mesophase-Pech basierenden Kohlenstofffaser würde so gleichmäßig wie möglich zugesetzt und im trockenen Zustand beigemischt, so daß ein homogenes Gemisch entsteht. Die homogene Mischung würde mit Hilfe eines Extruders und einer Foliengießanlage gegossen, um eine Klebefolie auszubilden oder, was gewöhnlich erfolgt, um Pellets aus der Mischung zu extrudieren und die Pellets dann zu benutzen, um eine Klebefolie zu extrudieren.

Kurze Beschreibung der Zeichnung

Fig. 1 ist eine schematische seitliche Querschnittsansicht einer allgemeinen Anordnung einer elektronischen Baueinheit, für die 15 die thermisch leitfähigen Klebstoffe gemäß dieser Erfindung geeignet sind.

Fig. 2 ist eine Mikroaufnahme einer Klebstoffschicht gemäß dieser Erfindung.

Fig. 2a ist ein Vektordiagramm, das repräsentativ ist für eine 20 dreidimensionale Anordnung der Fasern in der Klebstoffschicht von Fig. 2.

Ausführliche Beschreibung der Erfindung

In Fig. 1 ist die dargestellte Konstruktion 10 allgemein als elektronisches Baueinheitssystem bezeichnet, das als Komponententeile 25 eine Basis 12 aufweist, auf der eine Vielzahl von Stiften 13 angeordnet ist und die einen mit einem Deckel 16 abgedeckten Hohlraum 14 aufweist. In dem Hohlraum 14 befindet sich ein Plättchen oder Chip 18, das (der) mittels einer Wärmeklebstoffschicht 22 mit einem Kühlkörper 20 verklebt ist. Eine ähnliche Schicht 22 eines 30 Wärmeklebstoffs verklebt den Deckel 16 mit der Basis 12 und die Basis 12 mit einer Leiterplatte 24.

In Fig. 2 ist die Klebstoffschicht von Beispiel 3 (28 Vol.-% Fasern) als Mikroaufnahme (22-fach vergrößert) dargestellt. Es ist eine Konstruktion zu beobachten, die ein Harz zeigt, das mit einer 35 dreidimensionalen Faserstruktur mit Fasern von unterschiedlichen Längen und Breiten gefüllt ist. Insbesondere sind die Fasern 30 planar in der x-Richtung orientiert, die Fasern 32 sind planar in der y-Richtung orientiert, und die Fasern 34 sind unplanar oder über die gesamte Dicke in der z-Richtung orientiert.

Diese in weitem Maße nutzbaren, universal verwendbaren Klebstoffe sind besonders attraktiv für die Gesamtheit der elektronischen Bau-
5 einheiten, wo die Wärmeableitung stets ein Problem ist, während Ge-
wicht und Festigkeit eines sein können (wie z. B. in Luftfahrttelek-
troniksystemen). Sie kranken nicht an der Metallmigration, und sie
erfordern weniger Füllstoffgewicht als bestehende Technologien (z.
B. mit Silberblättchen oder Füllstoffe aus Aluminiumoxid), um ei-
10 nen gewünschten Leistungsgrad zustandezubringen. Diese Klebstoffe
können auch für strukturelle Zwecke eingesetzt werden (z.B. um ein
Verbundmaterialteil an ein anderes Verbundmaterialteil zu binden
oder ein Verbundmaterialteil an ein Stück Metall zu binden, wie
zum Beispiel an ein Abschlußstück, wo Abgleichsmängel zwischen den
15 Wärmedehnungskoeffizienten minimiert werden müssen. Für diese Zwecke
kann die Neigung der Filamente, dreidimensionale verstärkte Ver-
bundmaterialien zu bilden, auch von Vorteil sein, wenn die interla-
minare Scherfestigkeit von gebundenen Verbundmaterialien durch Ver-
stärkung über die gesamte Dicke (unplanare Verstärkung) erhöht wer-
20 den soll.

MESSUNGEN DER THERMISCHEN LEITFÄHIGKEIT

Die thermische Leitfähigkeit (T_C) wird nach den folgenden Verfahren gemessen und als $(BTU)(in)/(hr)(ft^2)(^{\circ}F)$ bezeichnet:

Laserblitzverfahren

25 Das ist ein transientes Verfahren, bei dem die thermische Diffusionsfähigkeit in einem Verbundmaterial bestimmt wird, indem man auf eine Seite der Probe einen kurzen Energieimpuls (von weniger als 1 Millisekunde Dauer) von einem Infrarotlaser einwirken lässt und den Temperaturanstieg auf der gegenüberliegenden Seite mit einem Infrarotstrahlungsmesser überwacht. Kennt man das Zeit-Temperatur-Profil der Rückseite der Probe und den Abstand zwischen den beiden Seiten, kann man die thermische Diffusionsfähigkeit des Verbundmaterials errechnen. Kennt man diesen Wert sowie die Dichte und die spezifische Wärme des Verbundmaterials, kann man die thermische
30 Leitfähigkeit der Probe errechnen, indem man das Produkt aus diesen drei Werten nimmt.

Dickschichtfolien-Integratorverfahren

Die Folie wird auf eine Fläche aus Aluminium gelegt, die auf

einer Temperatur von etwa 40 °C gehalten wird. Ein Aluminiumzyliner mit bekannten Eigenschaften, der mit einem Thermoelement versehen ist, wird auf Zimmertemperatur (-25 °C) gehalten, ehe er oben auf der Folienprobe plaziert wird. Der Temperaturanstieg des Aluminiumzyinders wird überwacht und anschließend analysiert, um den Wärmeleitwiderstand der Folie und der Grenzflächen zwischen Folie und Aluminium zu bestimmen. Nacheinander werden mindestens vier Schichten der Folie hinzugefügt, um eine Beziehung zwischen dem Wärmeleitwiderstand und der Foliendicke herzustellen, aus der die thermische Leitfähigkeit der Folie bestimmt werden kann, weil dann ein Ausgleich für die Widerstände der Grenzfläche zwischen Folie und Aluminium geschaffen werden kann. Auf die "Folienstapel" wird Druck aufgebracht, um die Wärmeleitwiderstände der Grenzflächen zu minimieren.

Abgesicherter Wärmestrom: Wärmeleitwert-Testgerät Dynatech-C-Matic, Modell TCHM-DV (ASTM F433)

Die Probe wird zwischen zwei mit Kupfer beschichtete Platten gebracht, die bei verschiedenen Temperaturen kontrolliert werden. Um die Probe herum befindet sich ein Heizschutzgerät, das auf oder nahe an der mittleren Temperatur der Probe gehalten wird, um eine Wärmeübertragung nach der Seite zu minimieren. Der Wärmestrom zwischen den beiden Platten wird mit einem Wärmestromwandler gemessen, der an einer der Platten befestigt ist. Die Gesamtdifferenz der Temperatur zwischen den beiden Plattenseiten wird mit eingebauten Thermoelementen gemessen. Um den Wärmeleitwiderstand der Grenzflächen zwischen Folie und Platten zu verringern, wird gewöhnlich eine dünne Schicht einer im Handel erhältlichen Kühlkörpermasse (wie zum Beispiel Dow Corning 340) auf die Probe aufgebracht, und der Test wird unter äußerem Druck ausgeführt. Kennt man die Dicke der Probe, die Temperaturen auf der Oberfläche der Platten, den gemessenen Wärmestrom und den Kontaktwärmeleitwiderstand, kann man die thermische Leitfähigkeit der Probe bestimmen.

35 Abgesicherter Wärmestrom: Dünnes Material

Das Testgerät Dynatech C-Matic ist für sehr dünne Materialien (d.h. mit Dicken von weniger als 0,040") nicht besonders geeignet. Deshalb wurden ein Verfahren für den abgesicherten Wärmestrom und

ein Gerät zur Messung der thermischen Leitfähigkeiten dünner Folien über die gesamte Dicke entwickelt. Das Gerät besteht aus zwei Kupferstäben mit annähernd 1" Durchmesser und 2" Länge. Längs der Länge jedes Stabes sind zwei Thermoelemente mit 1" Abstand dazwischen eingebettet. Die Stäbe werden mit einer Glasfaserisolierung umwickelt, um Wärmeverluste nach der Seite zu verhindern. Die mit "Nujol"-Mineralöl überzogene Folienprobe wird zwischen jeweils ein Ende der Kupferstäbe eingelegt (die ebenfalls einen Ölüberzug aufweisen), so daß ein Stapel aus Stab, Folie und Stab entsteht. (Das Öl dient dazu, für eine gute Wärmeübertragung zwischen den Stäben und der Folie zu sorgen). Der Stapel wird zwischen zwei erhitzten Presentischplatten positioniert (wobei die obere Platte stets heißer ist als die untere Platte), unter Druckbelastung gesetzt, um die Wärmeleitwiderstände der Grenzflächen zu minimieren, und mit einer weiteren Isolierschicht umwickelt. Man läßt den Staps ins Gleichgewicht kommen, und die sich ergebenden Temperaturprofile werden an den Kupferstäben registriert. Das Experiment wird mit verschiedenen Solltemperaturwerten der Platten und mit verschiedenen Stabdrukken wiederholt. Durch Überwachung der entstehenden Gleichgewichts temperaturprofile an den Kupferstäben und Vergleich derselben mit einem "Standard"material unter ähnlichen Bedingungen läßt sich die thermische Leitfähigkeit der Folie errechnen.

25

BEISPIELE

Beispiel 1

Es wurde ein Gemisch aus 60 Gramm eines Harzes "Quatrex" 1010 (Dow Chemical), 160 Gramm eines Harzes "Quatrex" 2010 und 180 g eines Harzes ERL-4206 (Union Carbide) mit 87,5 g eines Härters HT9679 (Ciba-Geigy) und 12,5 g eines Härters HT939 (Ciba-Geigy) versetzt. Das fertige Gemisch wurde umgerührt, bis es gleichmäßig war. 40 g einer dreidimensionalen Struktur von auf Mesophase-Pech basierenden Kohlenstofffasern wurden mit 60 Gramm des fertigen Gemisches versetzt, so daß mit 40 Gew.-% Fasern verstärktes Epoxidharz entstand. Dieses gefüllte Gemisch wurde fünfmal durch eine Dreiwalzenmühle geführt und mit einem Spatel auf eine 5 Millizoll dicke, mit Silicon beschichtete Polyesterfolie aufgetragen. Nach einer einstündigen Härtung bei 160 °C wurde die gefüllte Klebefolie von

der Polyesterfolie abgenommen und mit Sandpapier 500 und 1200 geschmirgelt.

- 5 Die geschmirgelte Folie wurde mit dem Verfahren des abgesicherten Wärmestroms an dünnem Material auf thermische Leitfähigkeit über die gesamte Dicke getestet. Die in Tabelle 1 aufgeführte thermische Leitfähigkeit dieses Klebstoffs ist mindestens gleichwertig denjenigen der mit mit 79 Gew.-% Silberblättchen gefüllten bandartigen Klebstoffe Ditac ® QL ®, die im Handel erhältlich sind von DuPont, obwohl nur 40 Gew.-% Fasern enthalten waren.
- 10

Beispiel 2

- Es wurden 27,5 Teile eines Phenoxyharzes "UCAR" PKHJ (Union Carbide) und 1,7 Teile eines Resolharzes "UCAR" BRL-2741 (Union Carbide) in 53,2 Teilen Methylethylketon und 17,6 Teilen Toluol gelöst. 22,7 Gramm dieser Lösung wurden mit 5 Gramm einer dreidimensionalen Struktur von auf Mesophase-Pech basierenden Kohlenstofffasern gemischt, so daß eine gleichmäßige Dispersion entstand. Die gefüllte Klebharzlösung wurde mit einem 20 Millizoll dicken 20 Streichmesser auf eine 2 Millizoll dicke Mylar ® -Folie aufgetragen und 5 Minuten lang bei 120 °C in einem Ofen getrocknet. Die Mylar ® - Folie wurde abgenommen, und es verblieb eine 4 Millizoll dicke, mit 45 Gew.-% Fasern verstärkte Klebefolie. Zwei 4 Millizoll dicke Folien wurden 15 Minuten lang bei 150 °C und 200 psi miteinander kaschiert, so daß eine 6 - 8 Millizoll dicke Klebefolie entstand. Eine ungefüllte Probe aus Phenoxyharz und Phenolformaldehyd und eine mit 56 Gew.-% Fasern verstärkte Folie wurden in ähnlicher Weise hergestellt.
- 25

- Die drei Proben wurden mit dem Verfahren des abgesicherten 30 Wärmestroms an dünnem Material auf thermische Leitfähigkeit über die gesamte Dicke getestet. Die Testergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben und zeigen an, daß die thermische Leitfähigkeit der gefüllten Klebstoffe bis zum zweimal höher ist als diejenige der mit 79 Gew.-% Silberblättchen gefüllten bandartigen Klebstoffe Ditac ® 35 QL ®, jedoch mit Faserfüllungen von nur 56 Gew.-% oder weniger.

Tabelle 1

Thermische Leitfähigkeiten von Klebstoffen

5	Vol.-%	Gew.-%	Thermische Leitfähigkeit
	Fasern	Fasern	(BTU) in/hr ft ² °F
	Ungefüllter Klebstoff	0	1,318
	30	45	6,970
	40	56	11,512
10		40	9,571

Beispiel 3

Es wurde eine dreidimensionale Struktur aus mit auf Mesophase-Pech basierenden Kohlenstofffasern gefüllten Folien, enthaltend 15, 29 und 39 Gew.-% Fasern (10 bzw. 20 bzw. 28 Vol.-% Fasern) in der folgenden Weise hergestellt. Es wurden drei separate Trockenmischungen aus Fasern und K-Copolyimidpulver (die die drei Faserfüllungen darstellen) hergestellt, indem die erforderlichen Faser- und Pulvergewichte in Polyethylenbeutel gefüllt wurden, die Beutel zugebunden wurden und die Mischungen dann geschüttelt und gemischt wurden, um ein so gleichmäßig wie mögliches Gemisch herzustellen. K-Copolyimidpulver basiert auf Pyromellithsäuredianhydrid und einem Gemisch von 70 : 30 Gew.-% aus 1,3-bis(3-aminophenoxy)benzol und 2-phenyl-1, 4-bis(4-aminophenoxy)benzol. Es wurden annähernd 600 Gramm von jeder Mischung hergestellt.

Annähernd 150 - 200 Gramm einer Mischung wurden zwischen zwei Deckbahnen aus Kapton® - Polyimidfolie auf einem Band verteilt, und der "Sandwich" wurde durch eine kontinuierliche Bandpresse mit geheizten Platten (345 °C) geführt. Die Deckbahnen wurden abgenommen, und es verblieb eine mit Fasern gefüllte Folie. Als eine Mischung vollständig war und mehrere Folienstücke hergestellt waren, wurde die Prozedur mit den übrigen zwei Mischungen wiederholt.

Nach dieser anfänglichen Passage durch die Presse (mit einer Bandgeschwindigkeit von 5 feet/Minute) wurden die Folienstücke noch zweimal durch die Presse geführt (mit Kapton® - Deckbahnen, die dann abgenommen wurden), jedoch mit einer Geschwindigkeit von 1 foot/Minute, um die Foliedicke weiter zu verringern. Die fertigen Folien waren annähernd 3 - 4 feet lang, 6 - 8 Zoll breit und 10 - 19 mils dick.

In ähnlicher Weise wurden unverstärkte Folien hergestellt. Die fertigen Folien waren annähernd 45 feet lang, 10 Zoll breit und
5 8 - 14 mils dick.

Stücke der Folien wurden auf planare Zugfestigkeitseigenschaften und Wärmedehnungskoeffizienten sowie auf thermische Leitfähigkeiten über die gesamte Dicke getestet. Da die Messungen der thermischen Leitfähigkeiten unter Anwendung einer Vielzahl von Verfahren und Methoden erfolgen, wurden die thermischen Leitfähigkeiten mit vier verschiedenen, hierin zum Vergleich und zur Datenauswertung beschriebenen Methoden gemessen.

Tabelle 2 gibt die Ergebnisse wieder, die anzeigen, daß die Eigenschaften der Folien eine Funktion der Faserfüllung sind; wenn 15 die Faserfüllungen größer werden, erhöhen sich sowohl die unplanaren thermischen Leitfähigkeiten als auch die Zugfestigkeitsmodule, während die planaren Wärmedehnungskoeffizienten geringer werden. Die am stärksten gefüllte Folie wies einen einheitlichen Wärmedehnungskoeffizienten (10 ppm/ $^{\circ}$ C) nahe an demjenigen von Aluminiumoxid 20 auf (6 - 8 ppm/ $^{\circ}$ C), wie bei einem Material für elektronische Baueinheiten mit einem typischen Wärmedehnungs-"Zielkoeffizienten". Im Vergleich mit den Werten des bandartigen Klebstoffs Ditac[®] QL[®] sind die thermische Leitfähigkeit und der Modul der am stärksten gefüllten Folie zumindest gleichwertig, und der Wärmedehnungskoeffizient ist viermal niedriger als bei diesen mit Silber gefüllten Klebstoffen, obwohl die Faserfüllung nur 39 Gew.-% betrug.

Beispiel 4

Es wurden zwei identische Quadrate von 2" x 2" aus einer Leiterplatte ausgeschnitten, die aus sechs Schichten von flexiblen 30 Verbundmaterialien Pyralux[®] von DuPont bestanden, die mit durch Glasfasern verstärktem, modifiziertem Acrylklebstoff Pyralux[®] LG1002 aneinander gebunden waren. Jede Schicht flexibles Verbundmaterial war mit einem verkupferten Laminat LF9111 hergestellt, das auf beiden Seiten mit einer Deckschicht LF0210 überdeckt war.

35 Es wurden zwei identische Quadrate von 2" x 2" aus einem Kühlkörper aus einem mit Fasern auf Pechbasis verstärkten Verbundstoff mit einer Matrix aus Metall ausgeschnitten, der aus 16 Schichten Aluminium 6063 bestand, die mit Endlosfasern E-120 auf Pechbasis

verstärkt waren. Die Faserorientierung lautete $[0/90]_{4s}$, und der Volumenanteil an Fasern betrug 35 %. Eine Seite von jedem Quadrat aus der Metallmatrix wurde mit einer Rasierklinge geschabt und mit Lösungsmittel gereinigt, um alle Verunreinigungen der Oberfläche zu entfernen.

Ein Quadrat aus der Leiterplatte wurde mit einem Zweikomponenten-Epoxidkleharz Epoxi-patch clear 0151 (Hysol Aerospace & Industrial Products Division) an ein Quadrat aus dem Kühlkörper gebunden, indem ein gut umgerührtes Gemisch auf die saubere Metallfläche aufgestrichen wurde, das Leiterplattenquadrat auf den Klebstoff gebracht und die kaschierte Probe unter einem minimalem Druck (<25 psi) gehärtet wurde. Die anderen Quadrate wurden mit dem gleichen Basisklebstoff aneinander gebunden, jedoch war der Klebstoff mit 25 Gew.-% einer dreidimensionalen Struktur von auf Mesophase-Pech basierenden Kohlenstofffasern gefüllt worden, die beigemischt wurden, während das Zweikomponenten-Epoxidharz gemischt wurde.

Beide Proben wurden mit dem Verfahren des abgesicherten Wärmestroms mit einem Testgerät Dynatech C-Matic für die thermische Leitfähigkeit getestet. Die thermische Leitfähigkeit des Systems betrug bei der Probe mit dem gefüllten Klebstoff 3,398 (BTU)(in)/(hr)(ft²)(°F) im Vergleich zu 2,705 (BTU)(in)/(hr)(ft²)(°F) bei der Probe mit dem nicht gefüllten Klebstoff, war also um 26 % höher.

25

Umrechnungen

1 Zoll ("")	=	2,54 cm
1 psi	=	6,9 kPa
1 BTU (in)/(hr)(ft ²)(°F)	=	14,42 Wcm/m ² °C
30 1 mil	=	25,4 μm
1 ft	=	0,30 m

Tabelle 2

Vol.-% Fasern	Gew.-% Fasern	Dichte #	CTE (MD) (ppm/°C)	CTE (TD) (ppm/°C)	Therm.		Therm.		Zug-##	
					Leitf.* (BTU in/hr ft ² °F)	Leitf.** (BTU in/hr ft ² °F)	Leitf. T (BTU in/hr ft ² °F)	Leitf. TT (BTU in/hr ft ² °F)	modul (MD) (Kpsi)	modul (TD) (Kpsi)
Ungefüllte Folie										
0	0	1,31	46	44	1,248	1,179	1,179	0,902	494	487
10	15	1,43	22	36	1,387		2,497	2,705	756	687
20	29	1,49	20	19	3,260		4,022	3,745	1293	1045
38	39	1,56	10	10	3,329	5,791	9,016		1212	1117

ANMERKUNGEN:

Faservolumina sind $\pm 3\%$
CTE-Werte wurden bestimmt mit einem Perkin Elmer TMS unter Verwendung eines "Streckungs"-messnehmers und einer Kraft von 5 Gramm. Diese sind kennzeichnend für den Temperaturbereich von 25 - 175 °C.

MD = Faserrichtung und TD = Querrichtung (beide planar)

= ASTM D792

= ASTM D638

* = ASTM E433 (verfahren mit abgesichertem Wärmestrom; Dynatech C-Matic), 50 °C, Messung über gesamte Dicke

** = Verfahren mit abgesichertem Wärmestrom an dünnem Material, 90 °C, Messung über gesamte Dicke

T = Laserblitzverfahren, 25 °C, Messung über gesamte Dicke (an University of Delaware)

TT = Dickfolienintegratorverfahren, 25 °C, Messung über gesamte Dicke (an University of Delaware)

91 304 030.9

5

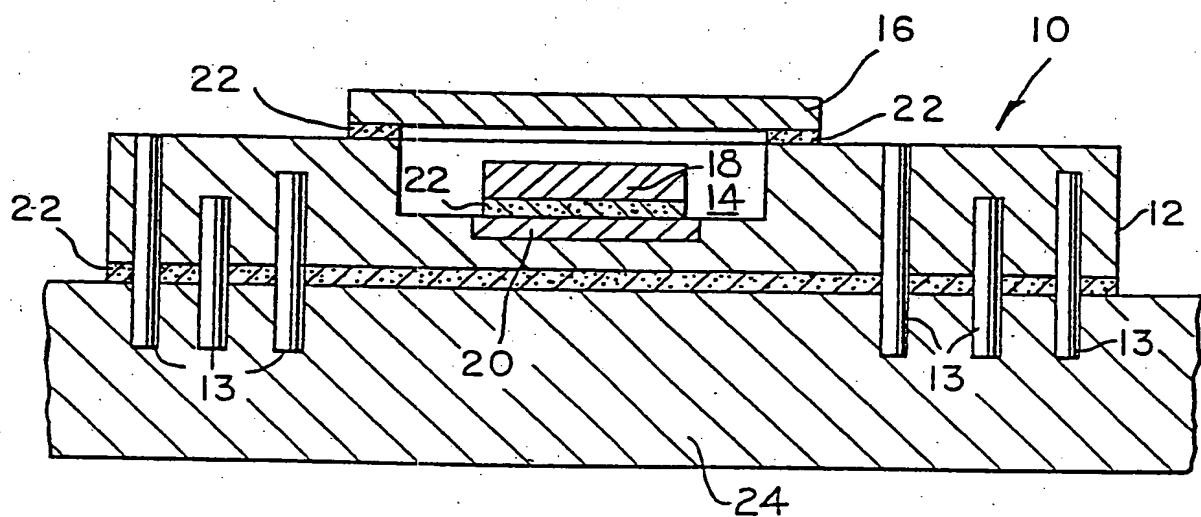
Patentansprüche

1. Elektronisches System mit Komponententeilen, die durch eine Schicht eines Klebharzes gebunden sind, das mit etwa 20 bis 10 etwa 60 Gewichtsprozent einer dreidimensionalen Struktur auf Pech basierender Kohlenstofffasern gefüllt ist.
- 15 2. System nach Anspruch 1, wobei der Klebstoff thermoplastisch, wärmehärtbar, elastomer oder Kombinationen davon ist.
3. System nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Klebharz ein wärmehärtendes Harz ist.
- 20 4. System nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die auf Pech basierenden Kohlenstofffasern auf Mesophase-Pech basieren.
5. System nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei das mit Kohlenstofffasern gefüllte Harz eine thermische Leitfähigkeit im Bereich von etwa 86,54 bis etwa 173,08 Wcm/m²°C (etwa 6 bis 25 etwa 12 (BTU) (in)/(hr)(ft²) (°F)) hat.
6. System nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei das mit Kohlenstofffasern gefüllte Harz in Form einer Paste vorliegt.
- 30 7. System nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei das mit Kohlenstofffasern gefüllte Harz in Form einer Folie vorliegt.

91 304 030.9

1 / 2

F I G. 1



2 / 2

F I G. 2

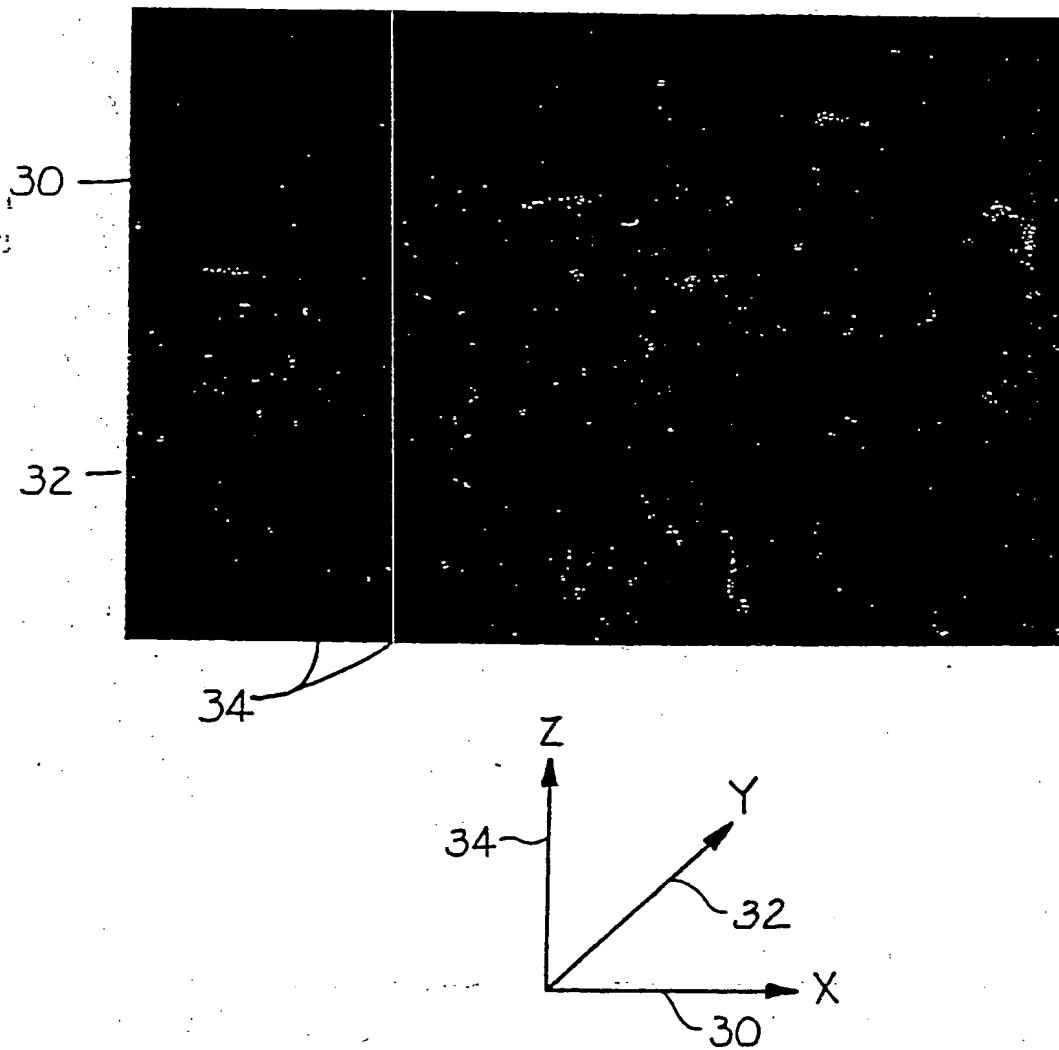


Fig. 2a

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.